



УТВЕРЖДАЮ:

Директор ФГБНУ «ВНИИЗР»,  
доктор технических наук

В.А. Гулевский

2025 г.

## ОТЗЫВ

ведущей организации – федерального государственного бюджетного научного учреждения «Всероссийский научно-исследовательский институт защиты растений» (ФГБНУ «ВНИИЗР») на диссертацию Мальцева Василия Константиновича на тему «Разработка и усовершенствование методов контроля остаточных количеств инсектицидов, применяемых в защите масличных культур», представленную на соискание ученой степени кандидата биологических наук по специальности 4.1.3. «Агрохимия, почвоведение, защита и карантин растений».

### Актуальность темы исследований

В настоящее время ассортимент химических средств борьбы с вредителями, разрешенных к применению на территории Российской Федерации для защиты масличных культур, активно пополняется комбинированными препаратами. Значительная часть инсектицидов содержит в своем составе действующие вещества из классов пиретроиды и фосфорорганические соединения. К наиболее часто используемым действующим веществам относятся циперметрин, бифентрин и хлорпирифос.

Экологическая безопасность применения инсектицидов напрямую связана с контролем за содержанием их остаточных количеств в продукции растениеводства. Однако анализ растительного материала на содержание остаточных количеств является длительным и затратным процессом, который предусматривает персональную для каждого действующего вещества пробоподготовку с последующим индивидуальным анализом. Поэтому разработка универсальных методик, обеспечивающих совместное определение остаточных количеств двух и более компонентов, рассматривается в настоящее время как приоритетное направление исследований.

В связи с изложенным, диссертационная работа Мальцева В.К., посвященная разработке метода одновременного определения остаточных количеств действующих веществ, составляющих основу современных комбинированных инсектицидов, применяемых в защите масличных культур, является актуальной.

### **Теоретическая и практическая значимость полученных автором диссертации результатов**

Для науки значимыми являются:

- представленные современные аспекты и направления развития системы контроля за остаточными количествами пестицидов в продукции растениеводства на примере определения действующих веществ инсектицидного действия в основных масличных культурах;

- доказанная возможность разработки новых методов совместного определения нескольких действующих веществ пестицидов с низким пределом обнаружения и высокой степенью извлечения каждого компонента;

- систематизированные данные о динамике деградации хлорпирифоса и бифентрина в растительных объектах в зависимости от влияния абиотических факторов.

Значимым практическим результатом является:

- разработанный метод совместного определения хлорпирифоса, бифентрина и циперметрина (включая изомеры) в растительном субстрате масличных культур, позволяющий оценивать содержание действующих веществ при использовании комбинированных инсектицидов.

Научная и практическая новизна диссертации, ее основные результаты подтверждаются публикациями в открытой печати, в том числе в ведущих рецензируемых научных изданиях, доступных широкому кругу специалистов и ученых.

### **Рекомендации по использованию результатов и выводов диссертационного исследования**

Разработанный метод совместного определения хлорпирифоса, бифентрина и циперметрина в растительном субстрате масличных культур, а также в имаго медоносной пчелы, до официального утверждения Роспотребнадзором может быть использован в научно-исследовательских целях.

Усовершенствованный процесс пробоподготовки растительных объектов, основанный на принципах подхода QuEChERS, целесообразно использовать для разработки методов определения остаточных количеств комбинированных инсектицидов.

Сформированную базу «Данные по определению остаточных количеств инсектицидов при защите масличных культур» (Свидетельство о государственной регистрации № 2024623607 от 16.08.2024 г.) рекомендуется использовать при анализе урожая конкретной группы культур и продуктов его переработки.

Перспективы дальнейшей разработки темы – это исследования в направлении расширения перечня действующих веществ для совместного определения и их валидации на других объектах исследования.

### **Оценка содержания диссертации в целом**

Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, включающих 26 рисунков и 16 таблиц, заключения, списка литературы из 136 наименований (50 из которых – на иностранном языке), пяти приложений, содержащих 5 таблиц. Объем диссертации с приложениями – 125 страниц машинописного текста.

**Во введении** обоснована актуальность темы, приведена степень ее разработанности, определены объекты и предмет исследования, сформулированы цель и задачи исследований, научная новизна, изложены теоретическая и практическая значимость работы, методология и методы исследований, положения, выносимые на защиту, степень достоверности и апробация результатов, отражены количество публикаций соискателя по теме диссертации, структура и объем диссертационной работы, личный вклад соискателя.

В первой главе «**Защита масличных культур от вредителей**» проведен обзор средств защиты масличных культур от вредителей, дана оценка существующих методов определения остаточных количеств инсектицидов в масличных культурах и способам пробоподготовки, приведены аспекты влияния инсектицидов на естественных опылителей.

Выявлено, что приоритетным направлением совершенствования ассортимента инсектицидов в настоящее время является комбинирование в одном препарате двух и более целевых компонентов. К действующим веществам, наиболее часто используемым в комбинациях этой группы средств защиты растений, относятся циперметрин, бифентрин и хлорпирифос.

Установлено, что при оценке безопасности новых инсектицидов контролируется содержание остаточных количеств действующих веществ в растительной продукции и продуктах ее переработки, а также изучается динамика их деградации с момента обработки культуры и вплоть до уборки урожая. Методики определения инсектицидов в растительных объектах, используемые в настоящее время, включают очень сложный и продолжительный этап пробоподготовки, который необходимо оптимизировать. Преодоление слабых сторон у имеющихся методик возможно путем использования приема пробоподготовки QuEChERS.

Отмечено, что с применением инсектицидов в посевах масличных культур, особенно подсолнечника, неизбежно встает вопрос о безопасности этих соединений для нецелевых организмов, в частности для медоносной пчелы. Для оценки негативного влияния химических средств защиты растений, применяемых с нарушением регламентных и законодательных положений, необходимы методические разработки, обеспечивающие быстрый и надежный анализ инсектицидов в имаго пчел.

Во второй главе **«Материалы и методы исследования»** дана характеристика объектов исследования, представлена принципиальная схема размещения делянок в полевых условиях, указаны сроки отбора растительных проб, изложены основные этапы пробоподготовки и количественного определения инсектицидов в образцах растений и имаго пчел.

В третьей главе **«Фитосанитарные и методологические основы совместного определения действующих веществ комбинированных инсектицидов»** обоснована правомерность выбора комбинированного препарата Фосорган Дуо для экспериментальных исследований, разработан метод совместного определения хлорпирифоса, бифентрина и циперметрина в зеленой массе, семенах и масле рапса, осуществлена валидация разработанного метода для определения инсектицидов в урожае подсолнечника и сои.

Проведенная оценка биологической эффективности перспективного по своему составу инсектицида Фосорган Дуо, КЭ (500 г/л хлорпирифоса + 25 г/л бифентрина) на посевах рапса ярового оказалась на уровне не ниже 70 % всех присутствующих в посевах культуры вредителей. Показано, что действие препарата проявляется даже когда остаточные количества хлорпирифоса и бифентрина соответствуют уровням ниже МДУ, что свидетельствует о перспективности применения инсектицидов на основе этих действующих веществ для эффективной и безопасной защиты масличных культур от вредных насекомых.

При разработке метода определения инсектицидов в растительном материале проведены первичные испытания по совместному детектированию хлорпирифоса, бифентрина и циперметрина на различных матрицах при использовании газожидкостной хроматографии с электронно-захватным детектором. В основных экспериментах разработан оригинальный способ пробоподготовки зеленой массы, семян рапса ярового и рапсового масла, базирующийся на подходе QuEChERS. Представлены усовершенствованная версия схемы пробоподготовки с высокой степенью очистки маслосодержащих объектов, а также оптимальный вариант экстракции всех трех действующих веществ из зеленой массы рапса. Проведена внутрилабораторная валидация метода для каждой исследуемой матрицы по верхнему и нижнему пределу определения. Установленные значения показателей полноты извлечения хлорпирифоса, бифентрина и циперметрина, стандартного отклонения и доверительного интервала указывают на высокую результативность и надежность разработанного метода.

Подтверждена универсальности подхода к пробоподготовке для матриц, сформированных из надземной части растений, семян и масла подсолнечника и сои. Средние значения определения хлорпирифоса в растительном и маслосодержащем материале обеих культур находятся в пределах 88,7-92,6 %, бифентрина 78,0-85,4 %, циперметрина 86,4-89,2 %. Полученные результаты подтвердили, что разработанный метод позволяет получать высокие и стабильные показатели извлечения остаточных количеств инсектицидов из зеленой массы, урожая и продуктов его переработки масличных культур.

В четвертой главе **«Апробация разработанного метода определения остаточных количеств инсектицидов»** представлена доказательная база результативности и оригинальности предлагаемой схемы пробоподготовки и разработанного метода в целом.

Приведены результаты оценки динамики деградации препарата Фаскорд, КЭ (100 г/л) в сое и подсолнечнике в разных почвенно-климатических зонах. Присутствие остаточных количеств альфа-циперметрина в растениях сохранялось в течение двух недель, что совпадает со сроком проявления биологической эффективности инсектицида в отношении вредителей культур, за исключением II зоны по подсолнечнику, где инсектицид не обнаруживался уже на 14 сутки после обработки. Результаты определения остаточных количеств хлорпирифоса и бифентрина в рапсе яровом после обработки посевов препаратом Пирелли, КЭ (400 + 20 г/л) с нормой применения 0,5 л/га в течение двух

вегетационных сезонов показали, что наиболее активная деградация обоих компонентов до величин ниже уровня МДУ, происходит в течение 7 суток. В дальнейшем их остаточные количества могут обнаруживаться в растениях еще две недели, причем распад хлорпирифоса происходит быстрее, чем бифентрина. В целом, разработанный метод совместного определения остаточных количеств действующих веществ инсектицидного назначения позволяет получать данные, подтверждающие безопасность продукции основных масличных культур при применении препаратов Пирелли, КЭ и Фаскорд, КЭ.

Проведено детальное изучение динамики деградации хлорпирифоса и бифентрина в зеленой массе и урожае рапса ярового, обработанного препаратом Фосорган Дуо, КЭ (500 + 25 г/л) с разной нормой применения. Установлено, что при норме применения 0,6 л/га наиболее активная деградация обоих действующих веществ до показателей ниже уровня МДУ происходит в течение 7 суток. В дальнейшем остаточные количества инсектицида могут обнаруживаться в растениях культуры еще две недели. Распад фосфорорганического вещества происходит быстрее бифентрина. Увеличение нормы применения инсектицида в 2 раза (1,2 л/га) практически не повлияло на скорость распада действующих веществ, снижение их содержания в растениях рапса до нуля наблюдается уже к 21 суткам. В образцах урожая рапса ярового и полученного из них масла при 2-кратном применении препарата остаточные количества обоих действующих веществ, не смотря на более позднюю повторную обработку, также не обнаружены.

На основании полученных результатов в соответствии с моделью SFO произведен расчет периодов полураспада и 90%-ного распада хлорпирифоса и бифентрина в растениях рапса. Установлено, что хлорпирифос в рапсе разлагается на 50 %, в среднем, за чуть более чем одни сутки (1,16 суток), на 90 % - почти за 4 дня (3,73 суток), значение остаточного количества действующего вещества определяется ниже МДУ уже на 10 сутки. Период полураспада бифентрина в разные сезоны изменялся в пределах от 1,5 до 2,5 суток. Продолжительность 90 %-ного разложения вещества в условиях выпадения обильных осадков может сокращаться практически вдвое.

В пятой главе «**Определение остаточных количеств инсектицидов в имаго медоносной пчелы**» представлены результаты по валидации и последующей апробации оригинального метода совместного определения остаточных количеств действующих веществ инсектицидов на материале, состоящем из имаго погибших пчёл.

Установлен ориентировочный диапазон определения хлорпирифоса, бифентрина и циперметрина в материале высушенной и свежемороженой пчелы. За основу пробоподготовки разрабатываемого метода, как и с масличными культурами, принят подход QuEChERS. Проведен подбор технологических приемов для очистки экстрактов и представлен итоговый вариант метода совместного определения остаточных количеств хлорпирифоса, бифентрина и циперметрина в имаго медоносной пчелы. Проведена его внутрилабораторная валидация по верхнему и нижнему пределу определения. Средний по трем действующим веществам показатель полноты извлечения превышает уровень в 80 %.

Проведена апробация разработанного метода совместного определения остаточных количеств действующих веществ инсектицидов в медоносных пчелах с применением подхода, заключающегося в оценке материала из уже погибших насекомых по невыясненным или с подозрением на действие пестицидов причинам. Показано, что причиной гибели пчёл однозначно выступает токсическое отравление инсектицидами, содержащими бифентрин и циперметрин.

В **заключении** представлены выводы, практические рекомендации и перспективы дальнейшей разработки темы.

### **Обоснованность и достоверность результатов**

Основные положения, научные результаты, выводы и рекомендации диссертационной работы Мальцева В.К., направленные на совершенствование системы контроля за получением экологически безопасной продукции растениеводства при применении инсектицидов за счет разработки оригинального метода совместного определения остаточных количеств циперметрина, хлорпирифоса и бифентрина в масличных культурах и имаго пчел, являются обоснованными и имеют научную новизну.

Обоснованность представленных в работе научных положений, выводов и рекомендаций обусловлена глубиной проведенного автором анализа, обеспечена использованием в качестве ее исходной теоретической основы фундаментальных работ российских и зарубежных ученых и принятых в данном научном направлении методов исследований.

Достоверность результатов и выводов, полученных в диссертации, обеспечивается применением общенаучных методов и приемов. Экспериментальные исследования выполнены на поверенном современном оборудовании по

стандартным и оригинальным методикам. Сходимость теоретических и экспериментальных данных позволяет говорить об адекватности разработанного метода и не противоречит фактам, известным из специальной литературы.

На основании анализа теоретических и экспериментальных исследований сформулировано заключение диссертационной работы, включающее в себя семь выводов, рекомендации и перспективы дальнейшей разработки темы.

Материалы диссертации отражены в 9 научных работах, в том числе две статьи – в ведущих рецензируемых научных изданиях, в которых должны быть опубликованы результаты диссертаций. Получено свидетельство о государственной регистрации за № 2024623607 от 16.08.2024 на базу данных «Данные по определению остаточных количеств инсектицидов при защите масличных культур». Опубликованные материалы по результатам исследований достаточно полно отражают основное содержание диссертации.

Диссертационная работа соответствует паспорту научной специальности 4.1.3. «Агрохимия, почвоведение, защита и карантин растений».

Содержание автореферата соответствует предъявляемым требованиям и достаточно полно отражает основные положения и научные результаты, выносимые на защиту.

### **Замечания по диссертационной работе**

1. В тексте и в содержании отсутствует подраздел 1.3.2.
2. Сведения об условиях проведения полевых опытов эпизодически представлены в главах, посвященных обсуждению результатов исследований (с. 61, 62, 64, 66). Их целесообразно поместить в главу «Материалы и методы исследования». Также в этой главе следовало бы дать характеристику регионам и климатическим зонам, в которых проводился отбор проб для определения остаточных количеств инсектицидов.
3. В тексте допущены неточности в терминологии. Так в таблицах 7 и 8 (с. 58, 63) речь идет о «семенах» и «бобах» сои; согласно названию таблиц 9 и 10 (с. 64, 67) масло, полученное из семян подсолнечника и семян рапса, отнесено к категории урожая, которым оно не является.
4. В комментариях к таблице 2 (с. 32) следует указать, каким нормативным документом регламентируются величины МДУ пестицидов в продукции.
5. Название таблиц 6 и 7 (с. 57-58) не соответствует перечню указанных в них объектов исследования.

6. В таблице 8 (с. 63) содержание альфа-циперметрина в растениях сои в день обработки инсектицидом Фаскорд, КЭ (100 г/л) с нормой применения 0,3 л/га в разных почвенно-климатических зонах различаются в 2 раза. Аналогичная картина наблюдается и в отношении подсолнечника (таблица 9, с. 65). Следует объяснить причину этих различий.

7. Не вполне убедительно объяснение высоких значений стандартного отклонения результатов определения бифентрина в растениях рапса в день обработки (рис. 10, 11, с. 70, 72) спецификой технологии обработки и моделью опрыскивателя, так как для определения остаточных количеств пестицидов готовят средний образец.

8. Не совсем понятно, почему при обработке посевов рапса инсектицидом Фосорган Дуо в разные годы и с разной нормой применения (прил. 1-4, с. 121-124) среднее количество хлорпирифоса и бифентрина в зеленой массе в день обработки определяется в соотношении от 5:1 до 7:1, тогда как в самом препарате соотношение этих действующих веществ – 20:1.

9. Логично было бы сравнить результаты определения остаточных количеств хлорпирифоса, бифентрина и циперметрина методом, разработанным диссертантом, с результатами, полученными в соответствии с утвержденными и действующими в настоящее время методическими указаниями.

10. Таблицу 11 (с. 71), включающую данные по метеоусловиям периодов отбора проб, целесообразно перенести в главу «Материалы и методы исследования».

### **Заключение**

Диссертационная работа Мальцева Василия Константиновича на тему «Разработка и усовершенствование методов контроля остаточных количеств инсектицидов, применяемых в защите масличных культур» является научно-квалификационной работой, в которой изложены новые научно обоснованные технологические решения по совершенствованию методов определения остаточных количеств инсектицидов, внедрение которых вносит существенный вклад в развитие системы контроля за безопасным применением пестицидов.

Считаем, что диссертационная работа соответствует критериям, изложенным в пунктах 9, 10, 11, 13 и 14 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 г. № 842, а ее автор Мальцев Василий Константинович заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата биологических

наук по специальности 4.1.3. «Агрохимия, почвоведение, защита и карантин растений».

Диссертационная работа, автореферат диссертационной работы и отзыв ведущей организации на диссертационную работу рассмотрены на заседании Ученого совета ФГБНУ «ВНИИЗР», протокол № 2 от 18.06.2025 г.

Ведущий научный сотрудник лаборатории анализа пестицидов, кандидат биологических наук по специальности 03.00.12.

*Ирина*

Горина Ирина Николаевна

Почтовый адрес: 396030 Воронежская область, Рамонский район, п. ВНИИСС, д. 92. Официальный сайт: [www.vniizr.ru](http://www.vniizr.ru); телефон: +7(47340)5-32-95; факс: +7(47340)5-33-03; e-mail: [vniizr\\_direktor@mail.ru](mailto:vniizr_direktor@mail.ru).

*Подпись Горина И.Н. заверяю*

*Специалист по*



*И. Трокофьева В.С.*

*23.07.2025г.*